(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-212213

(43)公開日 平成10年(1998) 8月11日

| (51) Int.Cl. ⁶ | | 識別記号 | FΙ | | | | |
|---------------------------|-------|-----------------|---------|---------|------------------|---------|-------------------|
| A61K | 7/00 | | A61K | 7/00 |] | R | |
| | | | | | • | С | |
| A 2 3 L | 1/30 | | A23L | 1/30 | 1 | Z | |
| A 6 1 K | 7/48 | | A 6 1 K | 7/48 | | | |
| | 47/16 | | 4 | 7/16 | | F | |
| | | | 家营查審 | 未請求 | 請求項の数5 | FD (| 全 10 頁) |
| (21)出願番号 | | 特願平9-29602 | (71)出願人 | 0001134 | 170 | | |
| | | | | ポーライ | 化成工業株式会 存 | 生 | |
| (22)出顧日 | | 平成9年(1997)1月29日 | i | 静岡県都 | 静岡市弥生町 6 都 | 針48号 | |
| | | | (72)発明者 | 英 謙二 | _ | | |
| | | | | 長野県」 | 上田市常田3丁 |]15番1 ₹ | 身 信州大 |
| | | | | 学繊維等 | 学部内 | | |
| | | | (72)発明者 | 河上 氰 | | | |
| | | | - | 長野県」 | 上田市常田3丁 | 目15番1₽ | 子 信州大 |
| | | | | 学棋維持 | 学部内 | | |
| | | | (72)発明者 | 白井 名 | 生芳 | | |
| | | | | 長野県」 | 上田市常田3丁 | 目15番1₹ | 子 信州大 |
| | | | | 学繊維等 | 学部内 | | |
| | | | | | | 最終 | 終頁に続く |
| | | | | | | 最終 | 冬頁に続 [・] |

(54) 【発明の名称】 シクロヘキサントリカルボキサミド誘導体を含有する組成物

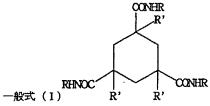
(57)【要約】

(修正有

【課題】 40℃付近の高温域でも安定な化粧料、医薬、食品などの組成物を提供する。

【課題の解決手段】 一般式(1)に表される化合物を化粧料、医薬、食品などの組成物に含有させる。本発明の組成物は40℃付近の高温域でも安定である。

【化1】



(但し、式中Rはそれぞれ独立に炭素数4~20の直鎖 或いは分岐及び/又は環状の構造を有するアルキル基を 表し、R'はそれぞれ独立に水素原子又は炭素数1~4 のアルキル基を表す。)

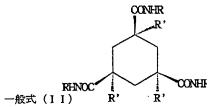
【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式(I)に表される化合物を含有する組成物。

【化1】

(但し、式中Rはそれぞれ独立に炭素数4~20の直鎖 或いは分岐及び/又は環状の構造を有するアルキル基を 表し、R'はそれぞれ独立に水素原子又は炭素数1~4 のアルキル基を表す。)

【請求項2】 一般式(I)に表される化合物が一般式(II)に表されるエクァトリアル型構造を有する化合物であることを特徴とする請求項1に記載の組成物。 【化2】



(但し、式中Rはそれぞれ独立に炭素数4~20の直鎖 或いは分岐及び/又は環状の構造を有するアルキル基を 表し、R'はそれぞれ独立に水素原子又は炭素数1~4 のアルキル基を表す。)

【請求項3】 一般式(1)に表される化合物がcis -1, 3, 5- トリス(ヘキシルアミノカルボニル)シクロヘキサン(化合物1)、cis-1, 3, 5- トリス(ドデシルアミノカルボニル)シクロヘキサン(化合物2)、cis-1, 3, 5- トリス(オクタデシルアミノカルボニル)シクロヘキサン(化合物3)、cis-1, 3, 5- トリス(N-(3, 7- ジメチルオクチル)アミノカルボニル)シクロヘキサン(化合物4)の何れかであることを特徴とする、請求項1又は2に記載の組成物。

【化3】

化合物 1 【化4】

化合物 2

[化5]

化合物3

【化6】

化合物4

【請求項4】 医薬品、化粧料又は食品であることを特徴とする請求項1~3の何れか一項に記載の組成物。

【請求項5】 一般式 (I) に表される化合物の含有量 $0.01 \sim 20$ 重量%であることを特徴とする、請求 項 $1 \sim 4$ の何れか一項に記載の組成物。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明が属する技術分野】本発明は、オイル等の流動性 有機物の増粘・ゲル化に好適なシクロヘキサンアルキル アミド誘導体を含有する組成物に関する。

[0002]

【従来の技術】化粧品、医薬品、食品などの分野で、それらの製剤の粘度や硬度を高くすることは安定性を確保する意味で非常に重要なことであった。この様な硬度や粘度を高める手段としては、増粘剤を用いる方法やワックス等のワックス構造を利用する方法がある。しかしながら、増粘剤はアルキルアクリレートコポリマー等の水溶性のものが知られているのみであり、坐剤やリップカラー等のオイルゲル系には適用しにくかった。ワックスの構造を利用する方法では、ワックスのつくる構造を利用する方法では、ワックスのつくる構造が利して弱いため、40℃付近の高温域で安定性を向上するためにはワックス量が多くなりすぎるため低温域での使用性を損なうことが少なくなかった。又、有機成分のゲル化剤として12ーヒドロキシステアリン酸が知られているが、このものはゲルを形成するか溶液になる

かの何れかの状態しか提供できず、粘度をコントロール 事が困難であった。即ち、使用性を損なうことなく、組 成物の粘度を任意の程度に増大させて、系を安定化する 手段が元米良得ていた。

【0003】・一方、後記一般式(I)に表される化合物は文献未記載の新規化合物であって、これらの化合物が流動性を有する有機物質に対して優れた増粘・ゲル化作用を発揮することは勿論知る由もない。

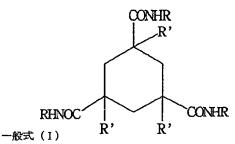
[0004]

【発明が解決しようとする課題】本発明はこの様な状況下に為されたものであって、安定性取り分け40℃付近の高温における安定性に優れた医薬品、化粧品、食品等の組成物を提供することを課題とする。

[0005]

【課題を解決するための手段】本発明者らはこの様な状況に鑑み、流動性を有する有機物質乃至は組成物の増粘・ゲル化手段を求めて鋭意研究を重ねた結果、次に示す一般式(I)に表される化合物群がその様な性質を有していることを見いだした。更にこれを医薬品、化粧品、食品等の組成物に配合することにより組成物の粘度を増大させ、安定性を向上させることを見いだした。更に検討を重ねた結果、粘度の温度に対する変化が少なく、40℃付近でも安定性が向上することを見いだし発明を完成させるに至った。以下、本発明について発明の実施の形態を中心に詳細に説明する。

【0006】 【化7】



(但し、式中Rはそれぞれ独立に炭素数4~20の直鎖 或いは分岐及び/又は環状の構造を有するアルキル基を 表し、R'はそれぞれ独立に水素原子又は炭素数1~4 のアルキル基を表す。)

[0007]

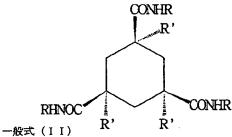
[発明の詳細な説明]

(1) 本発明の組成物に含有される一般式 (I) に表される化合物

本発明の組成物に含有される化合物は上記一般式(I)に表される構造を有する。これらの化合物に於いては、アルキルアミノカルボニル基の結合の仕方によって立体 異性体が存在するが、立体構造としてはエクァトリアル型である、次に示す一般式(II)の構造のものがより 好ましい。これはこの様な構造を取ることによって優れ た増粘・ゲル化作用が得られるからである。この様な化 合物の好ましい例としては、例えば、cis-1, 3, 5-トリス (ヘキシルアミノカルボニル) シクロヘキサ ン (化合物 1) 、 c i s - 1, 3, 5 - トリス (ドデシ ルアミノカルボニル) シクロヘキサン(化合物2)、 c is-1, 3, 5-トリス (オクタデシルアミノカルボ ニル) シクロヘキサン (化合物3) 、cis-1,3, 5-トリス (N-(3, 7-ジメチルオクチル) アミノ カルボニル)シクロヘキサン(化合物4)、trans -1, 3, 5-トリメチル-1, 3, 5-トリス(ドデ シルアミノカルボニル)シクロヘキサン(化合物5)、 trans-1, 3, 5-トリメチル-1, 3, 5-ト リス (オクタデシルアミノカルボニル) シクロヘキサン (化合物6) 等が挙げることができる。これらの内好ま しいものは、増粘作用が強いエクァトリアル型の化合物 である、化合物1~4である。

[0008]

【化8】



(但し、式中Rはそれぞれ独立に炭素数4~20の直鎖 或いは分岐及び/又は環状の構造を有するアルキル基を 表し、R'はそれぞれ独立に水素原子又は炭素数1~4 のアルキル基を表す。)

[0009]

【化9】

化合物1

[0010]

【化10】

化合物2

[0011]

【化11】

化合物3

[0012]

【化12】

化合物 5

[0014]

【化14】

化合物 6

【0015】本発明の化合物は何れも既知の化合物より、製造することができる。これらの化合物は例えば次に示す方法で製造すればよい。即ち、対応する立体構造を有する1、3、5ーシクロヘキサントリカルボン酸に塩化チオニルを反応させて酸クロライドと為し、これと対応するアルキルアミンを反応させればよい。この反応の生成物は再結晶やカラムクロマトグラフィー等の通常の精製手段で精製することができる。

【0016】<製造例1>

化合物1の合成

1, 3, 5 - シクロヘキサントリカルボン酸2gをクロロホルム50m1に溶解させ、これに6gの塩化チオニルを加え、室温で1時間攪拌し、反応液を濃縮した。こ

れにヘキシルアミン3gを50mlの塩化メチレンと10mlのトリエチルアミンに溶かして加え、2時間加熱 攪拌した。析出した結晶を集め水洗し、化合物1を5g 得た。このものの元素分析、NMR等の示性値は構造を 支持していた。

【0017】<製造例2>

化合物2の合成

1,3,5-シクロヘキサントリカルボン酸2gをクロロホルム50mlに溶解させ、これに6gの塩化チオニルを加え、室温で1時間攪拌し、反応液を濃縮した。これにラウリルアミン6gを50mlの塩化メチレンと10mlのトリエチルアミンに溶かして加え、2時間加熱攪拌した。析出した結晶を集め水洗し、化合物2を8g得た。このものの元素分析、NMR等の示性値は構造を支持していた。

【0018】<製造例3>

化合物3の合成

1,3,5ーシクロヘキサントリカルボン酸2gをクロロホルム50mlに溶解させ、これに6gの塩化チオニルを加え、室温で1時間攪拌し、反応液を濃縮した。これにステアリルアミン7gを50mlの塩化メチレンと10mlのトリエチルアミンに溶かして加え、2時間加熱攪拌した。析出した結晶を集め水洗し、化合物3を10g得た。このものの元素分析、NMR等の示性値は構造を支持していた。

【0019】<製造例4>

化合物 4 の合成

1,3,5-シクロヘキサントリカルボン酸2gをクロロホルム50m1に溶解させ、これに6gの塩化チオニルを加え、室温で1時間撹拌し、反応液を濃縮した。これに3,7-ジメチルオクチルアミン5gを50m1の塩化メチレンと10m1のトリエチルアミンに溶かして加え、2時間加熱撹拌した。析出した結晶を集め水洗し、化合物4を6g得た。このものの元素分析、NMR等の示性値は構造を支持していた。

【0020】<製造例5>

化合物5の合成

trans-1, 3, 5ートリヒドロキシカルボニルー1, 3, 5ートリメチルシクロヘキサン2. 3gをクロロホルム50mlに溶解させ、これに6gの塩化チオニルを加え、室温で1時間攪拌し、反応液を濃縮した。これにラウリルアミン6gを50mlの塩化メチレンと10mlのトリエチルアミンに溶かして加え、2時間加熱攪拌した。析出した結晶を集め水洗し、化合物5を5.5g得た。このものの元素分析、NMR等の示性値は構造を支持していた。

【0021】<製造例6>

化合物 6 の合成

t r a n s - 1, 3, 5 -トリヒドロキシカルボニルー 1, 3, 5 -トリメチルシクロヘキサン2. 3 g をクロ

ロホルム50mlに溶解させ、これに6gの塩化チオニルを加え、室温で1時間攪拌し、反応液を濃縮した。これにステアリルアミン7gを50mlの塩化メチレンと10mlのトリエチルアミンに溶かして加え、2時間加熱攪拌した。析出した結晶を集め水洗し、化合物6を11g得た。このものの元素分析、NMR等の示性値は構造を支持していた。

【0022】かくして得られた本発明の組成物に含有さ れる化合物は何れも流動性を有する有機物質乃至は組成 物を増粘及び/又はゲル化させる作用に優れる。この作 用により、医薬品、化粧料、食品などの組成物を安定化 することができる。この作用は40℃付近の高温域でも 同様に観測される。本発明を用いて有機物質乃至は組成 物を増粘及び/又はゲル化させるには、当該有機物質乃 至は組成物1重量部に対して0.1~100重量部、よ り好ましくは0.5~90重量部、更に好ましくは1~ 80重量部を加え加熱して相溶させれば良い。この場 合、本発明の化合物は唯1種のみを用いても良いし2種 以上を用いても良い。本発明の化合物が増粘及び/又は ゲル化しうる有機物質としては、例えば、四塩化炭素、 テトラヒドロフラン、ヘキサン、シクロヘキサン、ベン ゼン、トルエン、クロロベンゼン、ピリジン等のような 有機溶剤類、ケロシン、ガソリン、軽油、重油等の燃 料、オリーブ油、大豆油、コーン油、ヒマシ油、牛脂、 ホホバ油等の動植物油、スクワラン、流動パラフィン等 の鉱物油、ジメチルポリシロキサンやメチルフェニルポリシロキサン等のシリコーン類、オレイン酸オクチルドデシル、グリセリルトリイソオクタネート、ネオペンチルグリコールジイソオクタネート等の合成エステル類が例示できる。本発明の化合物を用いてこれらの流動性を有する有機物質乃至は組成物を増粘及び/又はゲル化させることにより、これらを含んでいる系を安定させることが可能である。この様な系としては例えば、化粧料、ペイント、食品、医薬品等が例示できる。下記に増粘・ゲル化作用を試験例として示す。

【0023】<試験例>

増粘・ゲル化作用

試験管に各種有機成分を1 c m³秤りとり、これに秤量した上記化合物を加え混合し、相溶するまで加熱攪拌した。相溶したものを25℃まで冷却し、ゲル化しているか否かを肉眼で判定した。ゲル化をしていた場合には化合物の添加量を減じ、ゲル化をしていなかった場合には、添加量を増やし、ゲル化する最低量(g)を求めた。結果を表1に示す。上記化合物は何れも有機物質をゲル化する作用に優れることが判る。尚、表中の「ゲル様」の記載はゲルの形成は見られなかったが、ゲルっぽい状態であったことを意味する。

[0024]

【表1】

| 有機成分 | 化合物1 | 化合物2 | 化合物3 | 化合物4 |
|-----------|------|------|------|------|
| 四塩化炭素 | 不溶 | ゲル様 | 5 | 5 |
| テトラヒドロフラン | 不溶 | 25 | 9 | 溶液 |
| ヘキサン | 不溶 | 不溶 | 1 | 60 |
| シクロヘキサン | 不溶 | 1 | 2 | ゲル様 |
| ペンゼン | 不溶 | 5 | 3 | ゲル様 |
| トルエン | 不溶 | 2 | 5 | 60 |
| クロロベンゼン | 不溶 | 6 | 3 | 60 |
| ピリジン | 3 | 15 | 1 | ゲル様 |
| ケロシン | 不溶 | 3 | 1 | 17 |
| コーン油 | 不溶 | 13 | 2 | 不溶 |

【0025】(2)本発明の組成物

本発明の組成物は上記一般式 (1) に表される化合物を含有することを特徴とする。本発明の組成物としては、例えば、医薬品、化粧料、食品等が例示できる。これらの組成物で好ましいものは油性成分を多く含むもので、例えばオイルゲル製品、油中水乳化製品などが例示できる。具体的な好ましい例としては、例えば医薬品であれば、坐剤、油中水乳化皮膚外用剤、リビッド製剤、リポソーム製剤等が例示でき、化粧品であればリップカラー、アイライナー、リップクリーム、ファンデーション等のオイルゲル製品、マニュキア、ペディキュア、ネイルコート等の含有機溶剤製剤、クリーム、ファンデーシ

ョン等の油剤含有量が多い乳化製剤などが例示でき、食品としては、チョコレート、バター、マーガリン等の油脂製品などが例示できる。勿論、クレヨン、鉛筆等の文房具やシーリング剤等のような建設用品に応用することも可能であり、これらも本発明の組成物の範囲にある。【0026】本発明の組成物における一般式(I)に表される化合物の好ましい含有量は、増粘作用が期待できる量であれば良く、従って、油性成分1重量部に対して0.1~100重量部、より好ましくは0.5~90重量部、更に好ましくは1~80重量%であり、組成物全体に対しては0.05~18重量%であり、更に好ましくは

0.1~16重量%である。本発明の組成物に於いて は、一般式(I)に表される化合物は唯1種を含有させ ても良いし、2種以上を組み合わせて含有させても良 い。本発明の組成物に於いては、上記一般式(I)に表 される化合物以外に、これら組成物で用いられている任 意成分を含有することができる。かかる任意成分として は、例えば、ワセリンやマイクロクリスタリンワックス 等のような炭化水素類、ホホバ油やゲイロウ等のエステ ル類、牛脂、オリーブ油等のトリグリセライド類、セタ ノール、オレイルアルコール等の高級アルコール類、ス テアリン酸、オレイン酸等の脂肪酸、グリセリンや1, 3-ブタンジオール等の多価アルコール類、非イオン界 面活性剤、アニオン界面活性剤、カチオン界面活性剤、 両性界面活性剤、エタノール、カーボポール等の増粘 剤、防腐剤、紫外線吸収剤、抗酸化剤、色素、粉体類、 甘味剤、酸味剤等が例示できる。本発明の組成物は一般 式 (I) に表される化合物によって40℃付近の高温域 でも安定である。

【実施例】以下に実施例を示して本発明について更に詳

細に説明するが、本発明がこれら実施例にのみ限定を受けないことは言うまでもない。

【0027】<実施例1~4>

配合例

下記の表2に示す処方に従ってファンデーションを作成した。即ち粉体成分をヘンシェルミキサーで混合した後、パルベライザーで粉砕し、これをダブルプラネタリーミキサーに入れその他の成分を溶解して加え、加熱しながら混練りし金皿に詰め加熱プレスしファンデーションを得た。併せて、このものを40℃に3カ月保存した場合の観察結果を示した。本発明の組成物は安定性を向上していることが判る。尚、評価基準は++:著しい、+:明らかに観察できる、±:僅かに見られる、-:全く見られないであった。又、5℃における使用性も専門パネラーにより評価してもらった。結果をあわせて表2に示す。本発明の組成物は低温での使用性も良いことが判る。

[0028]

【表2】

| 成分 | 実施例1 | 実施例2 | 実施例3 | 実施例4 | 比較例 |
|------------------|------|------|----------------|------|-----|
| グ りセリルトリイソオクタネート | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 |
| ホホバ油 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 |
| ジメチコン | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 |
| カルナウバ ワックス | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 |
| 化合物1 | 1 | | | ĺ | |
| 化合物2 | | 1 | | | |
| 化合物3 | | | 1 | | · |
| 化合物4 | | | | 1 | |
| 12-ヒドロキシステアリン酸 | | | | | 1 |
| マイカ | 19 | 19 | 19 | 19 | 19 |
| タルク | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 |
| 二酸化チタン | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 |
| 黄色酸化鉄 | 5 | 5 | ⁻ 5 | 5 | 5 |
| ベンガラ | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 |
| ナイロンパウダー | 13 | 13 | 13 | 13 | 13 |
| 40℃保管 | | | | | |
| オイル分の離ショウ | ± | _ | | _ | + |
| 重量の減少 | _ | _ | _ | _ | ± |
| 5℃の使用性 | | | | | |
| 化粧料の取れ | 良い | 良い | 良い | 良い | 悪い |
| 肌への伸び | 良い | 良い | 良い | 良い | 悪い |

【0029】<実施例5~8>表3に示す処方に従ってクリームを作成した。即ち、ア、イ、ウ、エをそれぞれ80℃で加熱溶解又は分散し、アとイを混練りし、これをウで希釈し、更にエを徐々に加え乳化した。これを費拌冷却しクリームを得た。併せて、このものを40℃に3カ月保存した場合の観察結果を示した。本発明の組成物は安定性を向上していることが判る。尚、評価基準は

++: 著しい、+: 明らかに観察できる、±: 僅かに見られる、-: 全く見られないであった。又、5℃における使用性も専門パネラーにより評価してもらった。 結果をあわせて表3に示す。本発明の組成物は低温での使用性も良いことが判る。

[0030]

【表3】

| 成分 | 実施例5 | 実施例6 | 実施例7 | 実施例8 | 対照例 |
|---------------|-------|-------|--------|--------|-------|
| 7 | | | | _ | |
| 70%7151-73水溶液 | 6 | 6 | 6 ' | 6 | 6 |
| プロピレング リコール | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| メチルパラベン | 0. 2 | 0. 2 | - 0. 2 | 0. 2 | 0. 2 |
| ブチルパラベン | 0. 1 | 0. 1 | 0. 1 | , 0. 1 | 0. 1 |
| 1 | | | | | · |
| トリケ リセローエジ | Ì | | | | |
| イソステアレート | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 |
| ゥ | | | | | |
| 流動パラフィン | 25 | 25 | 25 | 25 | 30 |
| 化合物1 | 5 | | - | Ì | |
| 化合物2 | | 5 | | |] |
| 化合物3 | |] | 5 | | |
| 化合物4 | | | | 5 | |
| I | | | | | |
| 水 | 54. 7 | 54. 7 | 54. 7 | 54. 7 | 54. 7 |
| 40℃保管 | | | | | |
| オイル分の離ショウ | ± | - | - | - | + |
| 分離 | - | - | - | - | ± |
| 5℃の使用性 | | | | | |
| 化粧料の取れ | 良い | 良い | 良い | 良い | 悪い |
| 肌への伸び | 良い | 良い | 良い | 良い | 悪い |

【0031】<実施例9~12>表4の処方に従って口紅を作成した。即ち、アをボールミルで分散し、90℃に加熱した。一方予め90℃に加熱溶解・分散しておいたイを加え良く混合し型に流し込み、冷却し容器に装着し口紅を作成した。併せて、このものを40℃に3カ月保存した場合の観察結果を示した。本発明の組成物は安定性を向上していることが判る。尚、評価基準は++:

著しい、+:明らかに観察できる、±:僅かに見られる、一:全く見られないであった。又、5℃における使用性も専門パネラーにより評価してもらった。結果をあわせて表4に示す。本発明の組成物は低温での使用性も良いことが判る。

[0032]

【表4】

| 成分 | 実施例9 | 実施例10 | 実施例11 | 実施例12 | 比較例 |
|-----------------|------|-------|-------|-------|------|
| 7 | | | | | |
| ペンガラ | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 |
| 黄色4号A I | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| 虹彩箔 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 |
| 着色チタンマイカ | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 |
| ひまし油 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 |
| 流動パラフィン | 20 | . 20 | 20 | 20 | 20 |
| 1 | | | | | |
| モクロウ | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 |
| カルナウパワックス | 10 | 10 | 10 | 10 | 30 |
| マイクログリスタリンクックス | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 |
| 化合物1 | 20 | | 1 | 10 | |
| 化合物2 | | 20 | | | |
| 化合物3 | 1 | 1 | 20 | | |
| 化合物4 | | | | 10 | |
| 4 0℃保管 | | | | | |
| オイル分の離ショウ | ± | - | - | - | + |
| 金皿からの剝がれ | _ | - | - | - | + |
| 5℃の使用性 | | | 1 | | |
| 色味ののり | 良い | 良い | 良い | 良い | 大変悪い |
| 肌への伸び | 良い | 良い | 良い | 良い。 | 大変悪い |
| 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | l |

【0033】〈実施例13~16〉下記表5の処方に従って坐剤を作成した。即ち処方成分を加熱溶解分散させ、型に流し込み冷却固化させて坐剤を得た。又、使用性(下着の汚れと異物感)を専門パネラーにより判定し

てもらった。結果を表5¹に併せて記す。本発明の組成物 が使用感に優れることが判る。

[0034]

【表 5】

| | 成分 . | 実施例13 | 実施例14 | 実施例15 | 实施例16 | 対照例 |
|---------------|------------|-------|----------|-------|-------|-----|
| | サポッション・マンC | 98 | 98 | 98 | 98 | 99 |
| | インドメタシン | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| | 化合物 1 | 1 | | | | |
| | 化合物2 | | 1 | | | |
| | 化合物3 | | | ì | | |
| | 化合物4 | · | | | 1 | |
| | 下着の汚れ | 無い | 無い | 無い | 無い | ある |
| _ | 異物感 | 無い | 無い | 無い | 無い | ある |
| 【0035】<実施例17~ | ▶18>表6に示っ | 上処方に行 | E | | L | L |

ってクリームを作成した。即ち、ア、イ、ウ、エをそれ ぞれ80℃で加熱溶解又は分散し、アとイを混練りし、 これをウで希釈し、更にエを徐々に加え乳化した。これ を攪拌冷却しクリームを得た。併せて、化粧料が茶碗な どを汚すか否かについて、専門パネラーにより評価して もらった。結果をあわせて表6に示す。本発明の組成物 は付着性が抑制されていることが判る。

[0036]

【表6】

| 実施例17 | 実施例18 |
|-------|---------------------------------|
| | |
| .6 | 6 |
| 5 | 5 |
| 0. 2 | 0. 2 |
| 0. 1 | 0. 1 |
| | |
| | |
| 4. | 4 |
| | |
| 25 | 25 |
| 5 | |
| | 5 |
| | |
| 54. 7 | 54. 7 |
| | |
| 殆どなし | 殆どなし |
| 殆どなし | 殆どなし |
| | 5 0.2 0.1 4 25 5 |

【0037】<実施例19~22>

製造例

下記表7に従ってファンデーションを作成した。即ち、イ、ロ、ハ、ニをそれぞれ秤り、イを良く混練りし、ロを加えて希釈した後80℃に加熱した。これにニを分散させ、更に、別途80℃に加熱したハを徐々に加え乳化し、攪拌冷却してファンデーションを得た。このものを40℃の恒温室に3カ月保存した場合の状態の変化をあわせて記す。尚、化合物1~4を水に置換した対照例は40℃2カ月で一部分離していた。これより本発明の組成物である、ファンデーションは通常安定性が優れているとされてきた対照例よりも、更に高温での安定性に優れることが判る。

【0038】【表7】

| 成分 | 実施例19 | 実施例20 | 实施例21 | 実施例22 |
|--------------------|-------|-------|-------|-------|
| 4 | | | | |
| 70%マルチトール水溶液 | 10 | 10 | 10 | 10 |
| 1,3ープタンジオール | 5 | 5 | 5 | 5 |
| トリゲ リセリンジ イソステアレート | 5 | 5 | 5 | 5 |
| メチルパラベン | 0.3 | 0. 3 | 0.3 | о. з |
| ブチルパラベン | 0. 1 | 0. 1 | 0. 1 | 0. 1 |
| 化合物1 | 1 | | | · |
| 化合物2 | ĺ | 1 | | |
| 化合物3 | | | 1 | |
| 化合物4 | | | | 1 |
| 0 | | | | |
| 流動パラフィン | 5 | 5 | 5 | 5 |
| 軽質イソパラフィン | 15 | 15 | 15 | 15 |
| カルナウパワックス | 3 | 3 | 3 | 3 |
| Л | | | | |
| * | 40. 6 | 40. 6 | 40. 6 | 40. 6 |
| = | | | | |
| 二酸化チタン | 8 | 8 | 8 | 8 |
| タルク | 4 | 4 | 4 | 4 |
| 蛋色酸化鉄 | 2. 5 | 2. 5 | 2. 5 | 2. 5 |
| ベンガラ | 0. 5 | 0. 5 | 0. 5 | 0. 5 |
| 40℃の安定性 | 良好 | 良好 | 良好 | 良好 |

【0039】<実施例23~26>

配合例

下記表8に示す処方に従ってネイルカラーを作成した。 即ち、イをロに一様に分散・溶解させ、、これにハを攪 拌しながら加え均一に分散・溶解させ、予め混合・粉砕 しておいたニを加えて均一に分散させ容器に詰めネイル カラーとした。尚、併せて40℃、3カ月の保存試験結 果も併せて記す。対照例は化合物1~4をベントナイト に置換した物を用いた。これらの結果より、本発明の組 成物であるネイルカラーは安定性に優れることが判る。

[0040]

| 1 = | 0 | 1 | |
|-----|---|---|--|
| 【双 | О | 1 | |

| 成分 | 実施例23 | 实施例24 | 実施例25 | 実施例26 | 対照例 |
|---------------|-------|-------|-------|-------|-----|
| 1 | | | | | |
| 化合物1 | 0.5 | | | | |
| 化合物2 | | 0.5 | | | |
| 化合物3 | | | 0.5 | | |
| 化合物4 | | | | 0.5 | |
| n | | | | | |
| 酢酸エチル | 20 | .20 | 20 | 20 | 20 |
| 酢酸ブチル | 27 | 27 | 27 | 27 | 27 |
| イソプロパノール | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 |
| トルエン | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 |
| ハ | | | | | |
| ニトロセルロース1/4 | 15 | 15 | 15 | 15 | 15 |
| 変性アルキッド樹脂 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 |
| フタル酸ジブチル | 3.8 | 3.B | 3.8 | 3.8 | 3.8 |
| 1,3-ブ タンジ オール | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 |
| = | | | | | |
| 顔料又は色素 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 1 |
| 有機ペントナイト | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 1 |
| 40℃3カ月安定性 | 良好 | 良好 | 良好 | 良好 | 分離 |

【0041】 【発明の効果】本発明によれば、安定性取り分け40℃ 付近の高温における安定性に優れた医薬品、化粧品、食品等の組成物を提供することが可能である。

フロントページの続き

(72)発明者 井柳 宏一

神奈川県横浜市戸塚区柏尾町560 ポーラ 化成工業株式会社戸塚研究所内

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載 【部門区分】第3部門第2区分 【発行日】平成14年4月2日(2002.4.2)

【公開番号】特開平10-212213

【公開日】平成10年8月11日(1998.8.11)

【年通号数】公開特許公報10-2123

【出願番号】特願平9-29602

【国際特許分類第7版】

A61K 7/00

A23L 1/30

A61K 7/48

47/16

[FI]

A61K 7/00

R C Z

F

A23L 1/30

A61K 7/48

47/16

【手続補正書】

【提出日】平成13年12月18日(2001.12.

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

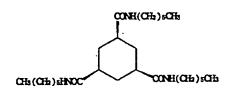
【補正対象項目名】請求項3

【補正方法】変更

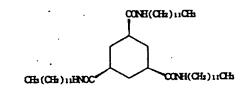
【補正内容】

【請求項3】 一般式(I)に表される化合物がcis -1, 3, 5- トリス(ヘキシルアミノカルボニル)シクロヘキサン(化合物1)、cis-1, 3, 5- トリス(ドデシルアミノカルボニル)シクロヘキサン(化合物2)、cis-1, 3, 5- トリス(オクタデシルアミノカルボニル)シクロヘキサン(化合物3)、cis-1, 3, 5- トリス(N-(3, 7- ジメチルオクチル)アミノカルボニル)シクロヘキサン(化合物4)の何れかであることを特徴とする、請求項1又は2に記載の組成物。

【化3】



化合物 1 【化4】



化合物2

【化5】

化合物3

【化6】

化合物4

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】 0002

【補正方法】変更

【補正内容】

[0002]

【従来の技術】化粧品、医薬品、食品などの分野で、それらの製剤の粘度や硬度を高くすることは安定性を確保する意味で非常に重要なことであった。この様な硬度や粘度を高める手段としては、増粘剤を用いる方法やワックス等のワックス構造を利用する方法がある。しかしながら、増粘剤はアルキルアクリレートコポリマー等の水溶性のものが知られているのみであり、坐剤やリックスの構造を利用する方法では、ワックスのつくる構造がある。とかしているの構造を利用する方法では、ワックスのつくる構造が必要に対して弱いため、40℃付近の高温域で安定性を向上するためにはワックス量が多くなりすぎるため低温域での使用性を損なうことが少なくなかった。又、有機成分のゲル化剤として12ーヒドロキシステアリン酸が知られているが、このものはゲルを形成するか溶液になるかの何れかの状態しか提供できず、粘度をコントロール

する事が困難であった。即ち、使用性を損なうことなく、組成物の粘度を任意の程度に増大させて、系を安定化する手段が求められていた。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書 【補正対象項目名】0012

【補正方法】変更

【補正内容】

[0012]

【化12】

化合物4